

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
 INSTITUT NATIONAL
 DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
 PARIS

(11) N° de publication : **2 573 532**
 (à n'utiliser que pour les
 commandes de reproduction)

(21) N° d'enregistrement national : **84 17796**

(51) Int Cl^a : G 01 N 30/60.

(12) **DEMANDE DE CERTIFICAT D'ADDITION
 À UN BREVET D'INVENTION**

A2

(22) Date de dépôt : 22 novembre 1984.

(30) Priorité :

(43) Date de la mise à disposition du public de la
 demande : BOPi « Brevets » n° 21 du 23 mai 1986.

(60) Références à d'autres documents nationaux appa-
 rentés : 1^{re} addition au brevet 83 19315 pris le 2 dé-
 cembre 1983.

(71) Demandeur(s) : Société dite : GROUPE INDUSTRIEL DE
 REALISATIONS ET APPLICATIONS. — FR.

(72) Inventeur(s) : François Couillard.

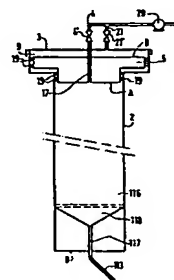
(73) Titulaire(s) :

(74) Mandataire(s) : Marc-Roger Hirsch.

(54) Perfectionnements aux appareils de chromatographie.

(57) La présente invention a pour objet un ensemble de
 colonnes chromatographiques constitué essentiellement par
 une colonne tubulaire dans laquelle coulisse au moins un
 piston assurant le tassement du garnissage dans la chambre
 tubulaire chromatographique.

Elle est caractérisée par le fait que la colonne est fermée à
 ses deux extrémités, un fluide introduit dans l'enceinte com-
 prise entre chaque piston et l'extrémité qui lui correspond
 assurant sa propulsion et lui permettant notamment le tasse-
 ment du garnissage placé dans la chambre située de l'autre
 côté du piston, des moyens de communication étant prévus à
 travers pistons, enceintes et extrémités pour assurer la circula-
 tion du fluide à chromatographier et/ou de l'éluant dans ladite
 chambre.



FR 2 573 532 - A2

PERFECTIONNEMENTS AUX APPAREILS DE CHROMATOGRAPHIE

La présente invention a pour objet des perfectionnements aux appareils de chromatographie et en particulier aux colonnes pour chromatographie.

Dans le brevet principal, on a décrit un appareil de chromatographie ou colonne de chromatographie perfectionné constitué par un tube dont une partie constitue une chambre destinée à contenir un garnissage ou masse de matière adsorbante, ce tube comportant à chacune de ses extrémités une paroi d'extrémité présentant des moyens de communication avec l'extérieur et d'autre part, au moins un corps coulissant se déplaçant longitudinalement dans le tube et présentant des moyens de liaison avec un conduit communiquant avec l'extérieur, ledit appareil de chromatographie étant caractérisé en ce que ledit corps coulissant est déplacé par la pression exercée par un fluide sous pression injecté dans une enceinte formée entre ledit corps coulissant ou piston et la paroi extrême opposée à la chambre contenant le garnissage.

Par ailleurs, les moyens prévus pour créer ladite pression dans l'enceinte comprennent un circuit hydraulique formé, d'une part d'une conduite reliant au réservoir d'agent d'élution et la partie du tube destinée à contenir le garnissage, ladite conduite comportant une pompe et une première vanne, et formé d'autre part d'une conduite de dérivation comprenant éventuellement une seconde vanne, ladite conduite de dérivation reliant ladite enceinte et la conduite d'amenée en un point situé entre ladite pompe et ladite première vanne.

Sont également prévus deux clapets tarés, respectivement placés sur la conduite d'amenée entre ledit point et la vanne et sur la conduite de dérivation entre ledit point et l'enceinte.

En outre, sur la conduite de dérivation est placée entre ladite enceinte et le clapet une conduite d'évacuation du fluide hydraulique,

ladite conduite comportant une troisième vanne. Quant au corps coulissant ou piston, il est traversé par des moyens de liaison consistant en un conduit communiquant avec l'extérieur, ce conduit étant un conduit souple dont la longueur est au moins égale à la course possible du corps coulissant.

Cette disposition permet de recourir au fluide d'élution pour assurer le tassement du garnissage de colonne, du remplissage puis son maintien au cours de l'opération de chromatographie proprement dite. Le corps coulissant est muni d'une canalisation souple traversant l'enceinte pour le fluide propulsant le corps coulissant, et permettant de mettre en communication la chambre chromatographique contenant le garnissage avec l'extérieur.

Il est évident que dans une telle disposition, la pression dans l'enceinte réservée à la propulsion du corps coulissant, c'est-à-dire à sa sollicitation dans le sens du tassement doit être supérieure à celle régnant dans la chambre contenant le garnissage.

Ceci peut bien entendu être assuré de nombreuses manières mais la présente invention a pour but essentiel d'assurer de façon optimale les pressions adéquates lors du remplissage, c'est-à-dire de la mise en place du garnissage, pendant la phase de chromatographie proprement dite, après cette dernière soit au retour à l'état initial soit à la vidange, par exemple en vue d'un changement de garnissage. Par ailleurs, on a constaté que, comme dans toutes les colonnes chromatographiques à piston ou autre corps coulissant, il se pose des problèmes sur le bord avant du piston du fait que du garnissage à fine granulométrie tend à s'introduire entre piston et tube colonne avec tous les désordres que cela peut entraîner. Selon la présente invention, on évite que se posent des problèmes de ce type.

En fait, il est nécessaire après avoir mis en place le garnissage dans la colonne de le tasser, ce qui assure à la fois l'homogénéité dans sa répartition, la réduction à un minimum de l'espace entre particules constitutives, c'est-à-dire de l'espace où s'effectuera l'étape chromatographique proprement dite, et l'expulsion du liquide ayant pu servir à la mise en place du garnissage.

Ensuite, lors des opérations chromatographiques proprement dites, il faut maintenir le tassement, ce qui nécessite en général une petite avance du piston ou équivalent dû à un tassement complémentaire et, à la longue à une certaine usure du garnissage. Durant cette étape, il faut

assurer un déséquilibre de pression entre chambre chromatographique de garnissage et du fluide de propulsion (jouant en quelque sorte le rôle de vérin).

Enfin, lorsque la phase chromatographique est terminée, on peut
5 soit revenir aux conditions initiales par simple retour des pressions à la normale, soit vouloir changer le garnissage. On remarquera que, en se plaçant dans le cas le plus fréquent de la colonne chromatographique en position verticale, on peut imaginer l'utilisation d'un piston ou autre corps coulissant agissant par le haut ou par le bas ou même de deux
10 pistons agissant conjointement ou séparément. De telles dispositions à pistons multiples peuvent permettre de moduler la pression selon les étapes opératoires notamment en jouant sur des sections différentes. On peut également assurer le retour desdits pistons en inversant la différence de pression, c'est-à-dire soit en inversant le côté d'application
15 de la pression la plus forte, soit en la réduisant ce qui entraîne une dépression.

On peut également prévoir deux corps coulissants, chacun d'entre eux étant disposé à l'une des extrémités du tube précité, une liaison étant établie entre les deux enceintes.

20 Diverses autres dispositions peuvent être prévues et en particulier les suivantes:

La surface du corps coulissant destinée à être opposée au garnissage est supérieure à la surface du corps coulissant destinée à être au contact du garnissage.

25 Le corps coulissant comporte des moyens de liaison avec les moyens de communication avec l'extérieur prévus dans la paroi d'extrémité, ces moyens de communication étant reliés à un circuit de fourniture de la phase mobile destinée à être employée pour l'élution.

La pression destinée à être exercée dans ladite enceinte peut être
30 exercée par le fluide d'élution et le complément de pression résulte du jeu des tarages relatifs des clapets tarés placés sur le circuit hydraulique et la conduite de dérivation.

Pour faire revenir le piston ou corps coulissant après l'étape chromatographique proprement dite, on peut inverser le sens de circulation du fluide entre pompe et enceinte utilisée pour la propulsion par
35 un jeu de vannes et de canalisations d'inversion.

Afin d'éviter que des particules de garnissage ne tendent à s'introduire entre piston et colonne tubulaire, le fluide est amené au

piston et pénétre dans la chambre chromatographique par des entrées réparties sur la périphérie du piston ce qui tend à écarter les particules de la paroi du tube au voisinage immédiat du piston.

Le piston peut également comporter un dispositif fermant ces entrées lors de l'étape chromatographique proprement dite par exemple au-delà d'un seuil de pression.

On peut également dans le cas des pistons à deux sections les constituer à l'aide de deux éléments pouvant se réparer lorsque l'un arrive en fin de course de façon à modifier la pression exercée sur le garnissage. Ainsi, en limitant la course de la partie à grande section, seule s'exerce au moment de l'étape chromatographique la pression sur une section plus faible. On peut également recourir à des pistons à double effet ou à deux pistons à actions conjuguées et/ou successives. On peut également envisager non de simples chapeaux ou couvercles de fermeture de la colonne mais des têtes contenant les pistons et leurs alimentations, ce qui simplifie considérablement les montages et démontages.

La présente invention concerne également le procédé de séparation chromatographique consistant essentiellement à mettre en place le garnissage, à exercer la pression fluide pour le tasser, à continuer à exercer la pression nécessaire au maintien du tassement pendant l'étape chromatographique proprement dite, à effectuer l'étape d'élution, puis éventuellement à modifier la pression soit pour revenir aux conditions initiales, soit pour changer le garnissage.

Pour mieux faire comprendre les caractéristiques techniques et les avantages de la présente invention, on va en décrire divers exemples de réalisation, étant bien entendu que ceux-ci ne sont pas limitatifs quant à leur mode de mise en oeuvre et aux applications qu'on peut en faire.

On se reportera aux figures suivantes qui représentent schématiquement:

- les figures 1 à 6 des coupes axiales sur des dispositifs chromatographiques conformes à l'invention selon six modes de réalisation différents; la figure 6 étant limitée à la coupe sur une tête de colonne;
- la figure 7 un circuit de montage de pompe à inversion de courant fluide;
- la figure 8 un détail de réalisation d'un piston en coupe axiale.

Dans tous les exemples, on se référera à la chromatographie en phase liquide et ceci à titre illustratif, ce que l'homme de l'art transposera aisément à la chromatographie en phase supercritique ou gazeuse sans sortir du cadre de la présente invention.

5 La figure 1 représente la colonne d'un chromatographe en phase liquide et ses éléments connexes.

La figure 1 consiste en une représentation schématique d'un appareil de chromatographie 1 comprenant un tube 2 dont une partie est destinée à contenir un garnissage ou masse adsorbante 20, une paroi d'extrémité, en l'occurrence un couvercle 3 présentant des moyens 4 de communication avec l'extérieur et une vanne 4'. Ce tube 2 comporte un corps ou piston 5 coulissant longitudinalement dans le tube 2 et présentant des moyens de liaison avec un conduit 7, consistant en un tube souple communiquant avec l'extérieur. Entre le corps coulissant 5 et le fond 8 de la colonne 1 est formée une enceinte 9 dans laquelle débouche une conduite 10 de dérivation d'un fluide hydraulique provenant d'un réservoir 11 et alimenté par une pompe 12. Une vanne 10' d'évacuation et un clapet 15' sont placés sur la conduite 10. Le tube souple 7, dont la longueur est au moins égale à la course possible du corps coulissant 20 (donc pratiquement égale à la longueur du tube 2) débouche dans un conduit 13 comportant une vanne 13' et un clapet taré 15. Les conduites 13 et 10 se réunissent en un point 24 en aval de la pompe 12 par rapport au sens d'écoulement du fluide.

Les moyens de liaison sont formés de plaques poreuses résistant à la pression 16 et d'un conduit 17 dont la partie supérieure a une forme d'entonnoir 18. Des moyens d'étanchéité 19 consistant en des joints annulaires tels que des joints toriques à section circulaire et/ou à lèvres, sont disposés entre le tube 2 et le corps coulissant 5 et sont, de préférence, portés par le corps 5 en forme de piston.

30 Le dispositif de chromatographie selon la figure 1 fonctionne de la façon suivante:

Le couvercle 3 étant enlevé, on verse dans le tube 2, par exemple une suspension dans un liquide des particules adsorbantes telle qu'un gel de silice. Le couvercle 3 est remis en place et fixé de façon que la fermeture soit étanche. On provoque alors le déplacement du corps coulissant 5 par mise en fonctionnement de la pompe 12 et injection de fluide hydraulique dans l'enceinte 9 par la conduite 10 (dans ce cas l'agent d'élution), sous une pression suffisante pour provoquer le

déplacement ascendant du corps coulissant et exercer une pression sur la suspension se trouvant dans le tube 2 et ainsi faire refouler le liquide par le conduit 4 et l'évacuer par cette conduite.

Lorsque le liquide de la suspension est totalement évacué, la
5 vanne 4' est ouverte et la pression exercée par la pompe 12 est fixée à une pression de travail supérieure à la pression destinée à régner dans la colonne de chromatographie pendant son fonctionnement.

Le mélange à chromatographier est destiné à être introduit par la conduite 12 et le clapet taré 15, la vanne 13' étant ouverte, et, après
10 traitement, à quitter la zone de traitement par le conduit 4, tandis que par la vanne 13' et le clapet 15', le mélange passe dans l'enceinte 9.

En fait, à titre d'exemple du fonctionnement de la colonne sont données ci-dessous des indications chiffrées non limitatives:

a) étape de remplissage de la masse adsorbante.

15 Il s'agit de la phase de tassement.

La pression exercée par la pompe est de 10 bars. Lorsque le liquide de la suspension a été complètement évacué par la conduite 4 et que la masse est donc convenablement tassée, on met en oeuvre l'étape de chromatographie.

20 b) étape de chromatographie.

La pression exercée par la pompe 12 d'amenée du mélange à chromatographier est de 53 bars.

Cette pression, après passage par le clapet 15 taré à 13 bars, tombe à 40 bars, qui est la pression correspondant à la perte de
25 charge de la colonne.

Dans la conduite 10 de dérivation, du fait de ce que le clapet 15' est taré à 3 bars, la pression après passage de ce clapet est de 50 bars qui est la contre-pression s'exerçant sur le corps coulissant 5 dans l'enceinte 9 s'opposant à la pression régnant dans la
30 colonne 2.

On constate que la partie active du type 2, c'est-à-dire celle qui contient le garnissage 20, dans laquelle la chromatographie est destinée à être réalisée peut avoir tout volume déterminé.

Par ailleurs, si on souhaite purger l'enceinte 9, il suffit d'ouvrir la
35 vanne 10.

Le mode de réalisation de la figure 1 est d'un grand intérêt économique puisque, en outre, on emploie pour mouvoir le corps coulissant 5 et maintenir le tassement de la masse adsorbante, la pression

créée par la pompe d'alimentation du mélange à chromatographier et de l'éluant. Les problèmes d'étanchéité sont, en outre, résolus puisque l'enceinte 9 et la partie du tube contenant le garnissage 20 contiennent le même mélange.

- 5 Par ailleurs, dans le cas où se produirait au bout d'un temps de fonctionnement relativement important de l'appareil un faible tassement de la masse adsorbante (dû à une dilution d'une petite proportion des particules, à une contraction ou à toute autre raison), il est possible de compenser ce tassement par déplacement correspondant du corps coulissant 5.

Le corps coulissant dans ce mode de réalisation de la figure 1 est montré dans la partie inférieure de la colonne. Il pourrait, bien entendu, être placé dans la partie supérieure, ou encore il serait possible que la colonne comporte deux corps coulissants chacun situé à 15 l'une des extrémités de la colonne, une liaison étant établie entre la conduite 10, en aval du clapet 15' et l'enceinte formée entre le corps coulissant placé au sommet de la colonne et la paroi d'extrémité correspondante ou, plus généralement, une liaison étant établie entre les deux enceintes 5 ainsi créées (voir description de la figure 5 ci-après).

- 20 La figure 2 représente un deuxième mode de réalisation de l'appareil de chromatographie de l'invention surtout destiné à compenser les tassements pouvant se produire dans la masse adsorbante.

L'appareil de chromatographie représenté sur cette figure comporte un certain nombre de références identiques à celles de la figure 1 qui 25 correspondent aux mêmes éléments constitutifs. Les éléments portant la même référence précédée du chiffre 1 correspondant à des éléments ayant la même fonction quoiqu'ils puissent être d'une construction différente.

Sur le tube 4, est disposée une pompe 20 et est prévue une dérivation 21 et une vanne 21'. Le corps coulissant 5 comporte une face B, du 30 côté de l'enceinte 9 et une face A du côté de la masse adsorbante telles que la surface de la face B est supérieure à la surface de face A. La force donc exercée sur la face A est inférieure à la force exercée sur la face B.

Le mélange à chromatographier et/ou l'éluant peut être amené par 35 la conduite 4 et après purification être évacué par les conduites 117 et 113.

Une partie du mélange peut être dérivée par la conduite 21, la vanne 21' étant ouverte et pénétrer dans l'enceinte 9. Du fait de la différence de surfaces des faces B et A du corps coulissant 5, la force exercée en B est supérieure à la force exercée en A et il en résulte que les tassements de la masse adsorbante sont compensés au fur et à mesure où ils se produisent.

La pression d'alimentation de la pompe 20 étant 120 bars est identique à la pression destinée à régner dans la colonne.

Pour fixer les idées, par exemple, la surface de la face A étant de 85 cm² et la surface de la face B étant de 78,5 cm², il en résulte une pression d'appui sur le garnissage de 10 bars.

Il est évident que la solution de la figure 2 permet de résoudre élégamment le problème des pressions c'est-à-dire que les efforts de pression servant à déplacer le piston soient supérieurs aux efforts de pression en sens inverse exercés par le fluide dans la chambre chromatographie. Dans le cas de la figure 1, le piston a des sections égales, il faut que la pression en 9 soit supérieure à celle en 20. Dans le cas de la figure 2, la pression unitaire peut être la même sur A et sur B dès lors que la surface de B est supérieure à celle de A. Or, comme on l'a souligné, si l'on veut que le piston ait une course suffisamment longue, cela prolonge d'autant la hauteur de la colonne. Si cet allongement en hauteur ne gêne pas (local de grande hauteur ou petit chromatographe de laboratoire), on peut recourir à des dispositifs de type de la figure 3. On y retrouve dans les mêmes numéros de référence, les éléments des figures 1 et 2.

La partie B du piston à large section laisse un espace 9" entre sa face B" et l'épaulement 8" qui sépare les parties du tube 2 et 2" de diamètre différents. La course du piston est limitée par cet épaulement 8" contre lequel vient buter la face B" de la partie du piston à large section.

Or, une fois le garnissage tassé (et le liquide expulsé du gel par exemple), la pression nécessaire au maintien du tassement en 20 peut être plus faible; on pourrait dès lors se contenter d'efforts de pression moins importants. On peut alors recourir à des solutions du type de la figure 4. Dans ce cas, lorsque la face B" de large section du piston vient buter en 8", la partie 4' du piston continue à avancer, la pression en 9 ne s'exerçant plus que sur la section intermédiaire B' du piston qui se déplace dans l'alésage interne de la partie du piston 5 à

large section. Ceci réduit donc les efforts résultants exercés sur B' et sur 5' et donc réduit les efforts à ce qui est utile pour assurer le maintien du tassement.

- On pourrait également comme à la figure 5 combiner un piston
- 5 inférieur pour le tassement de remplissage et un piston supérieur pour son maintien au cours des étapes de chromatographie. On se retrouve dans un cas mentionné incidemment plus haut où les enceintes 9 et 9' sont alimentées via 10 et 10' à partir de la même source et peuvent d'ailleurs être remises en communication par ouverture des vannes V et V'.
- 10 En effet, dans ce cas lorsque le piston inférieur vient buter (B" en 8") le piston supérieur entre ensuite en jeu. Si les paramètres dimensionnels sont choisis adéquatement, le piston inférieur peut assurer le tassement et le supérieur son maintien pendant l'étape chromatographique proprement dite.
- 15 On remarquera que, comme dans tous les autres cas où le remplissage le plus aisé se fait en introduisant le garnissage par le haut, il faut enlever le chapeau 3 et le piston supérieur 5'. La section B étant supérieure à B', elle-même supérieure à A, lors du tassement c'est le piston inférieur qui avance. Lorsque B" vient buter en 8", le piston 5
- 20 s'immobilise et le piston 5' avance assurant le maintien du tassement à efforts réduits (qui plus est le poids du piston 5' peut jouer dans ce maintien du tassement).
- A la figure 6 on a représenté une tête de colonne démontable dans son ensemble c'est-à-dire avec son piston. Un dispositif d'assemblage
- 25 tel que la bague 60 permet de placer l'ensemble sur la colonne tubulaire 2. Ceci est valable aussi bien pour le piston haut que pour le piston bas, la partie tubulaire de la colonne étant réduite à un simple tube cylindrique. Une telle disposition permet une grande souplesse de montage (un ou deux pistons à sections diverses, etc..).
- 30 Lorsque l'étape chromatographique est terminée, si l'on veut revenir à l'état initial au moins en partie, il faut ramener les pistons. Deux solutions sont possibles: amener la pression en 10" (figures 3, 4, 5) et 10'" (figurés 5 et 6) ou, en l'absence de 10" et 10'" exercer une dépression en 10 (figures 2, 4, 5) et 10' (figures 5 et 6).
- 35 Pour ce faire, il suffit d'inverser le montage de la pompe par exemple grâce au dispositif de la figure 7 ou à des équivalents un jeu de vannes et de canalisations assurant l'inversion.

Lorsque V1 et V2 sont ouvertes, V3 et V4 fermées, le fluide circule dans un sens par exemple de gauche à droite dans la pompe et inversement lorsque V1 et V2 sont fermées et V3 et V4 ouvertes. Les autres références de la figure 7 sont reprises de la figure 1.

5 En ce qui concerne la structure même des pistons, on se reportera à la figure 8.

Tout piston ou autre corps coulissant présente des dispositifs d'étanchéité tels que joints ou segments de sorte que le garnissage particulière tend à s'introduire dans le jeu existant entre piston et
10 paroi de la colonne tubulaire.

Il est évident que ceci peut entraîner blocages et usures ainsi que des fuites qui en résulteraient.

Il est donc utile dans toute la mesure du possible d'écarter les particules de garnissage au voisinage de la périphérie du piston. Pour
15 ce faire, lors de l'avance du piston, c'est-à-dire durant les opérations de tassement, on amène le liquide non par la partie centrale du piston mais par des ouvertures réparties le long de la périphérie, ces ouvertures étant fermées pendant l'étape chromatographique. Ceci peut donc s'appliquer à tous les pistons de figures 1 à 6.

20 Dans le tube 2 est monté le piston 5 constitué par un corps creux 50 formé d'un fond 51 et d'une paroi périphérique 52. Dans cette paroi sont ménagées des gorges contenant joints 53 ou segments ou autres dispositifs d'étanchéité. A l'intérieur de ce corps, repose un élément mobile 54 en forme générale d'entonnoir 17 (même référence qu'aux
25 figures précédentes) formé par un ensemble formé d'une grille et d'un matériau 16 laissant passer le fluide mais étanche aux particules de garnissage reposant sur sa face supérieure. Cet élément 54 repose sur un ressort 55 qui le tient normalement à distance du corps 50 et ménage entre leur périphéries une lumière 56. Le fluide arrivant en 13 peut
30 donc s'écouler vers la chambre 20 par cette lumière périphérique 56. Lorsque le piston 5 est en fonction de tassement, dès que la pression est suffisante pour comprimer le ressort 55, l'élément 54 s'enfonce dans le corps 50 et les lumières se ferment. Les ouvertures 57 percées dans le bas de l'entonnoir 54 viennent se placer face aux trous 58 d'un
35 cylindre 59 solidaire du fond 51, ce qui ouvre l'accès de l'entonnoir au fluide arrivant en 13. En tarant le ressort à la pression de fin de tassement, on obtient un passage automatique d'une position à l'autre. Lorsque le fluide arrive en 56, il empêche les particules de garnissage.

de pénétrer dans le jeu entre piston et tube, ce qui permet d'éviter des incidents lors de l'avance du piston. Lorsque le fluide arrive par l'entonnoir, il est prêt pour l'opération chromatographique proprement dite.

- 5 Il est évident que les modes de réalisation des figures ne sont donnés qu'à titre illustratif et que, par exemple, en ce qui concerne la figure 8, d'autres systèmes peuvent produire les mêmes effets par des moyens équivalents. L'homme de l'art saura adapter aisément l'appareillage et les conditions de fonctionnement à diverses modifications.
- 10 Il faut d'ailleurs remarquer que, dans la présente description, afin de l'alléger, ont été omis des détails de construction ou de fonctionnement qui sont évidents pour l'homme de l'art.

Bien entendu, la présente invention n'est pas limitée aux modes de réalisation décrits et représentés mais elle est susceptible de nombreuses variantes accessibles à l'homme de l'art sans que l'on ne s'écarte de l'esprit de l'invention.

15

20

25

30

35

REVENDECATIONS

- 1.- Ensemble de colonne chromatographique constitué essentiellement par une colonne tubulaire dans laquelle coulisser au moins un piston assurant le tassement du garnissage dans la chambre tubulaire chromatographique, caractérisé par le fait que la colonne est fermée à ses deux extrémités, un fluide introduit dans l'enceinte comprise entre chaque piston et l'extrémité qui lui correspond assurant sa propulsion et lui permettant notamment le tassement du garnissage placé dans la chambre située de l'autre côté du piston, des moyens de communication étant prévus à travers pistons, enceintes et extrémités pour assurer la circulation du fluide à chromatographier et/ou de l'éluant dans ladite chambre.
- 2.- Ensemble selon la revendication 1, caractérisé par le fait qu'il est muni de deux pistons entre lesquels est ménagée la chambre de chromatographie recevant le garnissage.
- 3.- Ensemble selon la revendication 2, caractérisé par le fait qu'au moins un piston est propulsé par un fluide introduit dans l'enceinte comprise entre ledit piston et l'extrémité correspondante, une seconde canalisation souple étant montée de même que la première du côté du second piston.
- 4.- Ensemble selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé par le fait que le fluide propulseur est constitué par l'éluant ou le mélange à chromatographier.
- 5.- Ensemble selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé par le fait que pour assurer le tassement la pression du fluide propulseur dans au moins une enceinte est supérieure à celle dans la chambre de chromatographie.
- 6.- Ensemble selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé par le fait qu'au moins l'un des pistons est à deux sections coulissant dans des alésages correspondants dudit ensemble, la section la plus petite étant située du côté de la chambre chromatographique et la plus grande du côté de l'enceinte recevant le fluide propulseur.
- 7.- Ensemble selon la revendication 6, caractérisé par le fait que le fluide propulseur est à la même pression que la chambre chromatographique pour assurer le tassement.
- 8.- Ensemble selon l'une des revendications 6 ou 7, caractérisé par le fait que l'espace compris entre le changement de section de l'alésage et le changement de section correspondant du piston est en

communication avec le fluide propulseur pour assurer le retour du piston.

9.- Ensemble selon l'une des revendications 1 à 8, caractérisé par le fait que le circuit d'alimentation des enceintes en fluide propulseur
5 est muni d'un dispositif d'inversion pour assurer le retour des pistons.

10.- Ensemble selon l'une des revendications 1 à 9, caractérisé par le fait qu'au moins l'une des extrémités est constituée par une tête amovible contenant le piston correspondant et les dispositifs d'alimentation et de propulsion.

10 11.- Ensemble selon l'une des revendications 1 à 10, caractérisé par le fait que le fluide à chromatographier arrivant dans un piston parvient à la chambre chromatographique par des ouvertures périphériques de la face du piston située du côté du garnissage.

15 12.- Ensemble selon la revendication 11, caractérisé par le fait que lesdites ouvertures sont fermées lors de l'étape chromatographique, le fluide arrivant alors par un entonnoir ouvert vers le garnissage et pratiqué dans le piston, fermé du côté du garnissage par un dispositif résistant à la pression, perméable au fluide et non au garnissage.

20

25

30

35

2/4

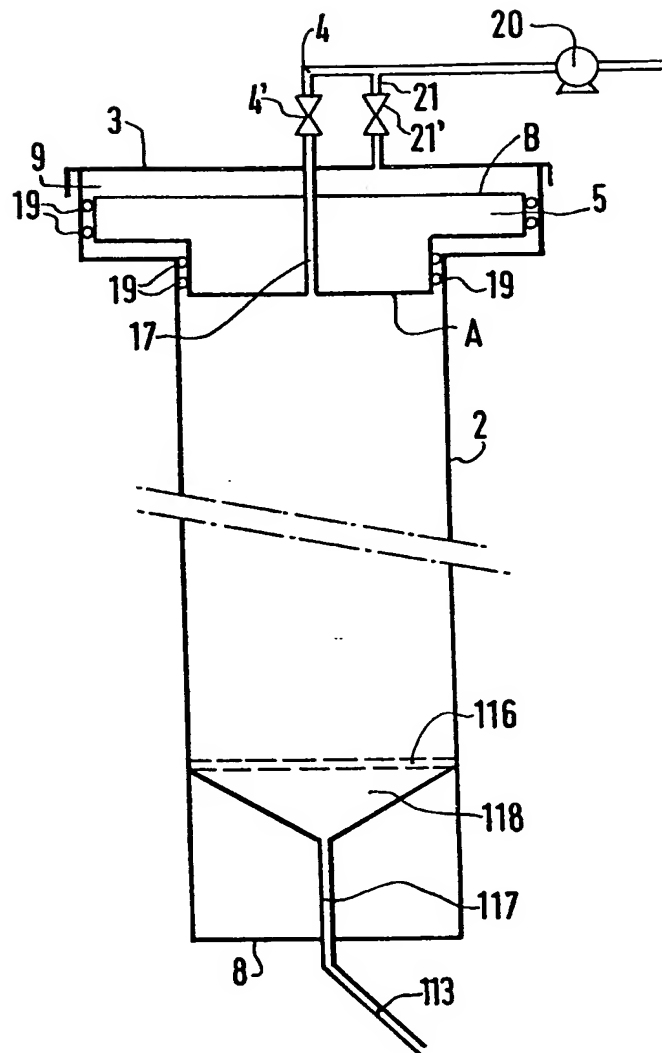


FIG.2

3/4

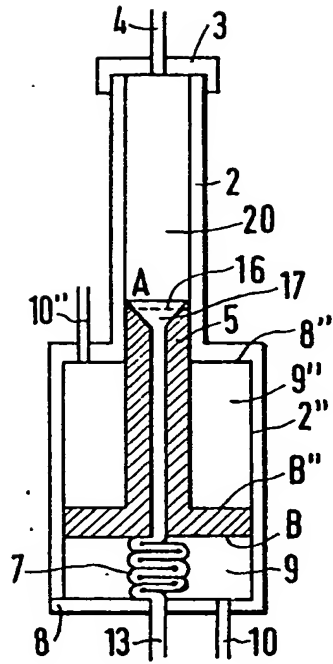


FIG. 3

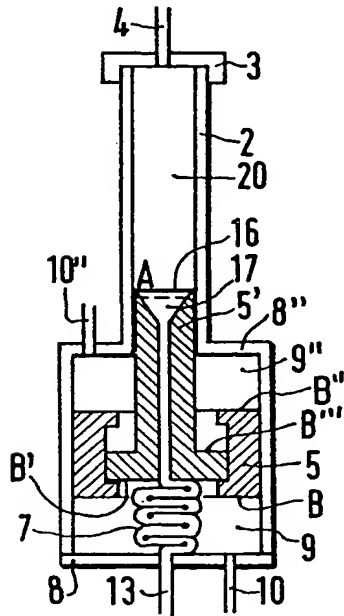


FIG. 4

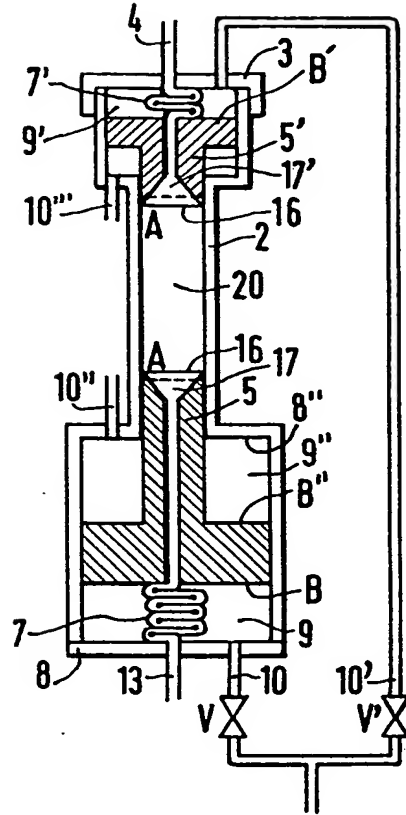


FIG. 5

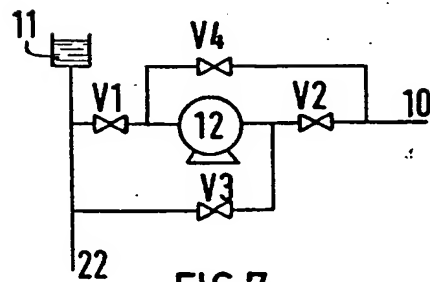


FIG. 7

